




 VIVENDI water ANJOU RECHERCHE Chemin de la Diaue - BP 76  24190-1 RM	 LYONNAISE DES EAUX 38, rue du Président Wilson	 environnement 11 bis, rue Gabriel Péri BP 286 54515 Vandœuvre-lès-Nancy Marie-Dominique JOURDAIN Tél. : 03 83 50 36 00	 NANCIE GÉNÉRIQUE INTERNATIONALE DE L'EAU 149, rue Gabriel Péri BP 290 54515 Vandœuvre-lès-Nancy Anne-Laure HENRY Tél. : 03 83 15 87 85	 HEMOCOIN Faculté de Pharmacie 5, rue Albert Lebrun - BP 403 54501 NANCY Janine SCHWARTZBRDD Tél. : 03 83 17 88 60
--	---	--	--	---



MICROPOLLUANTS ORGANIQUES ET GERMES **PATHOGÈNES** DANS LES BOUES D'EAUX RÉSIDUAIRES

*Organic pollutants and pathogens
in sewage sludges*

SYNTHÈSE
juin 2000

Responsable *scientifique* : François COLIN,
Professeur des Universités et Président du **Conseil** Scientifique de **NANCIE**

Avec le concours financier de :

ADEME
ANJOU RECHERCHE
LYONNAISE DES EAUX • CIRSEE
MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT

AGENCES DE L'EAU :
Adour-Garonne, Artois-Picardie,
Loire-Bretagne, Rhin-Meuse,
Rhône-Méditerranée-Corse, Seine-Normandie

Synthèse du programme Boues

Publiée le 21 mai 1991, la Directive Européenne relative au traitement des eaux urbaines et résiduaires (**91/271/CEE**) demande aux états membres, au plus tard le **31/12/98**, de préciser les conditions de rejets ou **d'évacuation** des boues provenant de stations d'épuration et d'en vérifier la conformité (articles 14 et 15).

Depuis 1995, le Ministère de l'Environnement, l'ADEME et les 6 agences de l'eau se préoccupent du devenir de ces boues de stations d'épuration. Afin d'apporter des données (composés organiques et microbiologiques) sur la composition de ces boues, un programme de recherche **à été** initié et construit avec la participation d'Anjou Recherche, du CIRSEE, de l'IRH, coordonné par le NANCIE.

Le ministère de l'**Aménagement** du Territoire et de l'**Environnement** a publié un décret le 8 décembre 1997 (JO du **10** décembre 1998) et un arrêté technique (JO du 8 janvier 1999) qui encadrent la composition et les conditions d'épandage des boues de station d'épuration urbaines pour garantir leur innocuité, leur efficacité agronomique, leur traçabilité, En outre ces textes préconisent les méthodes d'échantillonnage et des méthodes d'analyses pour les composés micropolluants organiques et les germes pathogènes. Ces méthodes d'analyses ne sont pas décrites par des normes et n'ont pas fait (pour certaines d'entre elles) l'objet de validation sur des matrices, telles que les boues de stations **d'épuration**.

En janvier 2000, l'**Union** Européenne a également proposé un nouveau projet de directive européenne qui s'appliquera **à** tous les pays membres.

L'épandage agricole est actuellement la principale **filière** de valorisation des boues de stations d'épuration (65 % des boues produites en France) compte tenu des capacités d'accueil du territoire national. Elle rencontre aujourd'hui quelques critiques relatives **à** la contamination des sols qu'elle est susceptible d'engendrer et aux risques sanitaires éventuels qu'elle pourrait faire courir sur les produits agricoles.

Afin de pouvoir répondre **à** ces interrogations et compte tenu du nombre restreint d'études dans ce domaine, ce programme se propose d'acquiescer les **éléments** objectifs d'appréciation sur les risques de contamination en micropolluants organiques et sur les risques sanitaires engendrés par l'utilisation de boues de station d'épuration en amendement agricole.

Ce programme propose le développement de méthodologies analytiques communes pour les micropolluants organiques et les parasites (phase I). Ces méthodologies couvrent à la fois l'échantillonnage, le traitement des **échantillons** et l'analyse proprement dite. Elles ont **été** validées sur un nombre suffisant de boues d'origines et de caractéristiques diverses.

Elles ont permis d'étudier la variabilité saisonnière de la contamination de différents lots de boues (phase II).

Cette étude a également permis d'évaluer l'**efficacité** des filières et des **opérations** de traitement et de stockage des boues du point de vue de l'**élimination** des micropolluants organiques et des germes pathogènes (phase II).

Les travaux portent sur deux types de composés contenus dans les boues de station d'épuration :

- les micropolluants organiques, **à** savoir les HPA, les PCB, les AOX et les pesticides organochlores d'une part,
- les germes pathogènes, comprenant des bactéries et des parasites d'autre part.

MICROPOLLUANTS ORGANIQUES

METHODOLOGIE UTILISÉE

L'étude s'est déroulée en deux phases

Phase I

La **première** phase (en 1998) a consisté à développer des méthodologies analytiques communes aux 3 laboratoires (Anjou Recherche, CIRSEE et IRH) pour quantifier les molécules organiques PCB, HAP (fixées par l'arrête du **08/01/99**), AOX et pesticides organochlorés (préconisés suite à une recherche bibliographique). Les méthodes d'analyse de ces composés organiques ne sont pas normalisées. Les composés organiques suivants ont été quantifiés :

- 7 PCB (n° 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180) ;
- 3 HAP (fluoranthène, **benzo(a)pyrène** et **benzo(b)fluoranthène**), une extension a été réalisée en tenant compte de 8 HAP puis des 16 HAP de la liste de l'US-EPA ;
- des pesticides organochlorés en raison de leur présence potentielle ;
- des organochlorés adsorbables (ou AOX) en raison de leur présence dans les seuils réglementaires de pays européens (notamment en Allemagne où ce paramètre est utilisé pour la gestion des boues).

Cette première partie du programme a comporté une phase d'optimisation - validation ayant abouti au choix par les laboratoires participants de méthodes analytiques comparables. Elle a porté sur 9 boues différentes provenant de 6 stations d'épuration, présentant des typologies de réseau et de traitement variés. Six de ces **échantillons** sont des boues liquides exemptes de traitement et les trois autres **étant** une boue compostée, une boue chaulée et une boue séchée thermiquement.

La norme française NFU 44-108 pour les **prélèvements** liquides et la méthode des quartiers pour les prélèvements solides ont été mises en œuvre et ont fait l'objet d'une validation au cours de cette phase.

Pour le dosage des HAP et des PCB, différentes méthodes d'extraction ont été dans un premier temps comparées sur un lot d'échantillons communs. Cette phase a eu pour but d'optimiser les étapes de purification et de séparation chromatographique.

Phase II

Au cours de la deuxième phase, grâce aux **méthodes** analytiques retenues, les variations de composition selon l'origine et la saison ont été quantifiées sur un nouveau lot de matrice de boues (voir figure 1).

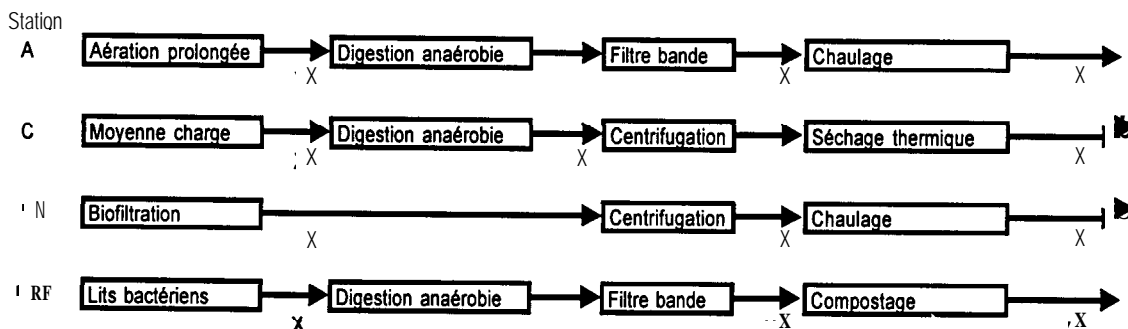


Figure 1 : Filières de traitement étudiées et points de prélèvement.

Ce travail apporte plusieurs types d'informations notamment :

- le domaine de validité de la méthode d'analyse en fonction des différentes matrices boues,
- la variation relative de la concentration en micropolluants en fonction de la pluviométrie, de l'activité industrielle et des filières de traitement,
- l'impact de la méthode d'échantillonnage sur la variabilité des résultats.

Ces informations constituent des éléments de réflexion au groupe travail en charge de la normalisation sur l'analyse de ces composés.

SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS

- Au cours de la première phase (en 1998) constituée de deux campagnes de mesure, les trois laboratoires ont comparé puis rapproché leurs méthodes d'extraction et d'analyse,
- Au cours de la seconde phase (en 1999) constituée de 3 campagnes, les points suivants ont pu être mis en évidence :
 - la concordance des résultats entre les laboratoires
 - l'effet de la méthode d'échantillonnage
 - l'effet du point de prélèvement
 - la variation saisonnière du prélèvement

À l'issue de ces deux phases, pour chacune des 4 familles de polluants (HAP, PCB, pesticides organochlorés et AOX), un protocole opératoire valide a pu être proposé.

Impact de la méthode d'échantillonnage

Les analyses réalisées par les 3 laboratoires sur l'ensemble des composés n'ont pas mis en évidence de différence significative entre les échantillons ponctuels et les échantillons composites (tableau 1). L'échantillonnage ponctuel, réalisable par un conducteur de station, est équivalent à un échantillonnage composite, réalisé en cours de journée ou par quartage, très contraignant (réalisation 1h). Ce résultat est en cohérence avec le brassage et le mélange des boues dans les ouvrages des stations, générant une boue homogène.

Composé	Ponctuel (mg/kg)	Composite (mg/kg)
AOX	289	291
Fluoranthène	0,75	0,76
Benzo(b)Fluoranthène	0,32	0,33
Benzo(a)Pyrène	0,22	0,24
Somme PCB	0,12	0,13
Aldrine	0,011	0,012

Origine des boues : moyenne de l'ensemble des résultats de la phase II

Tableau 1 : Résultats pour quelques composés de l'analyse de variance pour le facteur échantillonnage

Conclusions sur le stockage des boues

Les différents types de boues ont été stockés durant **8,5** mois en suivant l'évolution des différents paramètres, notamment bactériologiques et parasitaires. La qualité de ces boues est comparée avec les **réglementations** française et américaine (seulement pour les seuils) avant (tableau 13) et **après** ces **8,5** mois (tableau 14).

Stockage	Réglementation française	Réglementation américaine	
	Boues hygiénisées	Classe A	Classe B
Cuve 1 Boues aération prolongée	-	-	+
Cuve 2 Boues digérées	-	-	+
Cuve 3 Boues séchées	+	+	-
Cuve 4 Boues chaulées/chaux éteinte	+	+	-
Cuve 5 Boues compostées	+	+	-
Cuve 6 Boues chaulées/chaux vive	-	-	-

Tableau 13 : Avant stockage et réglementation

Stockage	Réglementation française	Réglementation américaine	
	Boues hygiénisées	Classe A	Classe B
Cuve 1 Boues aération prolongée	-	-	+
Cuve 2 Boues digérées	+	-	+
Cuve 3 Boues séchées	+	+	-
Cuve 4 Boues chaulées/chaux éteinte	+	+	-
Cuve 5 Boues compostées	+	+	-
Cuve 6 Boues chaulées/chaux vive	+	+	-

Tableau 14 : Après stockage des boues pendant **8,5** mois et réglementation

Au cours de ces **8,5** mois, l'aspect et la qualité des boues stockées évoluent, notamment les boues digérées et les boues chaulées /chaux vive (le stockage a un effet bénéfique pour au moins ces deux types de boues).

Selon la réglementation française, hormis les boues d'aération **prolongée**, toutes les boues stockées jusqu'à **8,5** mois satisfont les concentrations limites en bactérie, virus et parasites pour les boues hygiénisées.

Par contre les boues digérées et les boues d'aération prolongée stockées ne seront pas considérées comme boues de classe A selon la réglementation américaine.

De plus, au cours du stockage, les qualités physico-chimiques, bactériologiques, virologiques et parasitaires des boues changent. Néanmoins toutes les boues stockées hormis les boues d'aération prolongée sont épanchables comme des boues **hygiénisées** selon la **réglementation** française.

Le stockage de la boue d'aération prolongée simule bien les **phénomènes** se produisant au cours d'une déshydratation sur lit de séchage.

Le stockage des boues digérées, avec le colmatage de la couche de sable observe en fond de cuve peut simuler un stockage de boues liquides, en silo.

Le stockage non-couvert entraîne une modification des boues séchées et compostées. Ces produits s'hydratent et relarguent dans les lixiviats de la DCO, du N-NH₄ et du P.

Les stockages des boues **chaulées** avec de la chaux vive ou de la chaux éteinte évoluent différemment. Avec les boues **chaulées/chaux** éteinte, la production de lixiviat est importante (138 U 9 mois). Pour les boues **chaulées/chaux** vive, la quantité de lixiviat est comparable au volume mesure par Wiart et col (**1998**), le pH restant supérieur à 9 dans les boues.